

明細書

チキソトロピー付与剤

<技術分野>

本発明は、チキソトロピー付与剤に関するものであり、より詳細には、鎖状粘土鉱物粒子からなり、特に揺変係数（ TI ）の大きい高チキソトロピー付与剤に関する。

<背景技術>

従来、塗料等の分野では、塗料の調製時（各成分の混合時）や塗布時では低粘性を示すことが作業性の点で要求され、このために、高剪断力下では粘性を低下させるチキソトロピー付与剤が使用される。また、塗布後では、高粘性を示すことが垂れ等を防止するために必要であり、揺変係数（ TI ）の大きい高チキソトロピー性が要求される。

また、セピオライトやアタパルジャイト等の鎖状粘土鉱物（ホルマイト）は、タルク（滑石）レンガを交互に積み重ねたような三次元の鎖状構造を有している。この鎖状の隙間に形成された空孔は大きな表面積を示し、これは、鎖状粘土鉱物をスラリーにしたときの高粘性や揺変性を示す要因となり、例えばチキソトロピー性及びレオペクシー性を有していることが知られている（特開平４－２２８４６１号公報参照）

しかしながら、セピオライト等の鎖状粘土鉱物は、天然に産出するものであり、その産地等により、不純物含量等が異なっており、全ての鎖状粘土鉱物が大きな揺変係数（ TI ）をもっていないため、安定してしかも高いチキソトロピーを付与することができる剤が求められているのが現状である。

<発明の開示>

従って、本発明の目的は、鎖状粘土鉱物粒子からなり、且つ揺変係数の大きい高チキソトロピー付与剤を提供することにある。

本発明によれば、鎖状粘土鉱物粒子からなるチキソトロピー付与剤において、下

記式：

$$T I = \eta_6 / \eta_{60}$$

式中、 η_6 は、所定の分散媒中に前記鎖状粘土鉱物粒子を分散させた分散液について回転数6 r p mで測定した粘度（25℃）であり、

η_{60} は、上記分散液について回転数60 r p mで測定した粘度（25℃）である、

で定義される揺変係数（T I）が、分散媒としてジエチルヘキシルフタレート（D O P）を用いた鎖状粘土鉱物粒子濃度が7重量%の分散液において4.0以上であり、分散媒として水を用いた鎖状粘土鉱物粒子濃度が3重量%の分散液において3.0以上であり、且つ0.125 g / m l以下の嵩比重、及びレーザ法で測定した二次粒子の粒度分布において、1.0 μ mより大きく30 μ m以下の粒径のものが70重量%以上で、1.0 μ m以下の粒径のものが5乃至30重量%の範囲にあることを特徴とするチキソトロピー付与剤が提供される。

本発明によれば、更に、上記チキソトロピー付与剤を含有する塗料組成物、接着剤組成物、或いは樹脂組成物が提供される。

本発明のチキソトロピー付与剤においては、

1. 前記鎖状粘土鉱物粒子は、7.5乃至9.5の平均アスペクト比を有すること、
2. 前記鎖状粘土鉱物粒子は、電子顕微鏡で測定して一次粒子形状が、0.45乃至0.80 μ mの平均繊維長を有すること、
3. 前記鎖状粘土鉱物が、ホルマイト系粘土鉱物であること、
4. 前記ホルマイト系粘土鉱物が、セピオライトまたはアタパルジャイトであること、
5. 前記ホルマイト系粘土鉱物がセピオライトであり、X線回折測定において、ドロマイト及びカルサイトに由来するピークが、それぞれ、セピオライトの（110）面に由来するピーク高さを100%として25%以下のピーク強度比を示すこと、
6. 前記ホルマイト系粘土鉱物がアタパルジャイトであり、X線回折測定において、カルサイトに由来するピークが、アタパルジャイトの（110）面に由来する

ピーク高さを100%として50%以下のピーク強度比を示すこと、が好ましい。

本発明によれば、特定の鎖状粘土鉱物粒子を用いて、揺変係数の大きい高チキソトロピーを塗料等に付与することができる。

<図面の簡単な説明>

図1は、実施例1、比較例3及び4のセピオライトの各X線回折像を示す図である。

図2は、実施例1のチキソトロピー付与剤の二次粒子の粒度分布を示す図である。

図3は、実施例1のチキソトロピー付与剤の走査型電子顕微鏡写真（SEM）を示す図（倍率：20000倍）である。

図4は、比較例4の試料の走査型電子顕微鏡写真（SEM）を示す図（倍率：20000倍）である。

図5は、実施例3及び比較例5のアタパルジャイトの各X線回折像を示す図である。

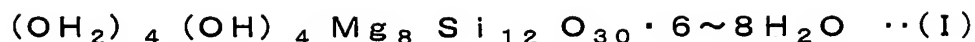
<発明を実施するための最良の形態>

（鎖状粘土鉱物）

概説すると、本発明では、特定の一次粒子形状と粒度分布を有する鎖状粘土鉱物粒子を用いることが重要であり、更に好適には、特定のX線回折ピークを有するものを用いて粒度調整することにより、安定して、しかも従来公知の剤に比しても高いチキソトロピーを付与することができるという新規知見に基づくものである。

本発明で用いる鎖状粘土鉱物の代表例としては、ホルマイト系粘土鉱物であるセピオライト、アタパルジャイトまたはパリゴルスカイトを挙げることができる。これらの鎖状粘土鉱物は、マグネシウムの含水ケイ酸塩であり、例えばセピオライトは、一般に二次鉱物として蛇紋岩中に産出し、アタパルジャイトは、水成岩中の輝石、かくせん石から変質して産出するものである。なお、アタパルジャイトは、用途あるいは産地によりパリゴルスカイトと称される場合もある。

セピオライトは、理想的には、下記（I）：



で表される化学構造を有しており、一般的に算出するセピオライト（110℃で2時間の乾燥品）の代表的な組成は、以下の通りとなっている。

セピオライトの一般的化学組成

SiO ₂	52.50 (重量%)
MgO	22.8
Al ₂ O ₃	1.7
Fe ₂ O ₃	0.8
CaO	0.8
H ₂ O ⁺	10.5
H ₂ O ⁻	11.0

また、アタパルジャイトは、理想的には、例えば下記式（Ⅱ）：



で表される化学構造を有し、一般的に算出されるアタパルジャイト（110℃で2時間の乾燥品）の化学組成は、以下の通りとなっている。

アタパルジャイトの一般的化学組成

SiO ₂	57.6 (重量%)
MgO	22.3
Al ₂ O ₃	0.9
Fe ₂ O ₃	0.8
CaO	0.5
H ₂ O ⁺	9.9
H ₂ O ⁻	8.0

本発明においては、上記の鎖状粘土鉱物の内でも、特にセピオライトを用いることが好ましい。即ち、チキソトロピーは、下記式；

$$TI = \eta_6 / \eta_{60}$$

式中、 η_6 は、所定の分散媒中に前記鎖状粘土鉱物粒子を分散させた分散液について回転数6rpmで測定した粘度（25℃）であり、

η_{60} は、上記分散液について回転数60rpmで測定した粘度（25℃）

である、

で定義される揺変係数 (TI) によって評価することができ、この揺変係数 (TI) が高いほど、チキソトロピー性が高いことを示す。セピオライトでは、分散媒としてジエチルヘキシルフタレート (DOP) を用いた分散液 (粘土鉱物粒子濃度: 7 重量%) の揺変係数 (TI) が 4.0 以上、好ましくは 4.2 以上であり、分散媒として水を用いたときの揺変係数 (TI) が 3.0 以上、好ましくは 5.0 以上、更に好ましくは 7.5 以上であり、有機系及び水系の何れの分散媒に配合したときにも、極めて高いチキソトロピーを示す。一方、アタパルジャイトでは、セピオライトと比較すると一般的に揺変係数 (TI) が低く、特に水系の分散媒に対しての揺変係数が低い。このように、同じ鎖状粘土鉱物でありながら、セピオライトがアタパルジャイトに比して優れているのは、アタパルジャイトに比して含水量が多いことが要因の一つではないかと考えられる。

また、本発明において用いる鎖状粘土鉱物は、嵩比重が 0.125 g/ml 以下の範囲にあることも重要である。即ち、嵩比重が上記範囲よりも高いと、鎖状粘土鉱物の粒子を均一に分散させることが困難となり、安定したチキソトロピー特性を得ることができない。

また、本発明において、鎖状粘土鉱物の二次粒子の粒度分布が、レーザ法で測定して、 $1.0 \mu\text{m}$ より大きく $30 \mu\text{m}$ 以下の粒径のものが 70 重量% 以上で、 $1.0 \mu\text{m}$ 以下の粒径のものが 5 乃至 30 重量% の範囲にあることも重要である。即ち、 $1.0 \mu\text{m}$ より大きく $30 \mu\text{m}$ 以下の粒径のものは、分散液の高粘性化に寄与し、粒径が $1.0 \mu\text{m}$ 以下のものは、低粘性化に寄与する傾向がある。従って、これらの粒子を適当な割合で含有することによって、高剪断力下で低粘性化させ、低剪断力下で高粘性化が発現するのであり、上記粒子の含有量が上記範囲外であると、このようなチキソトロピー性が低下してしまう。更に、 $50 \mu\text{m}$ 以上の粒子径を有する粒子は実質上ゼロであることが好ましい。

更に、用いる鎖状粘土鉱物は、平均アスペクト比は 7.5 乃至 9.5、特に 7.5 乃至 9.0 の範囲にあるべきである。更に、一次粒子形状が繊維状であることも重要であり、電子顕微鏡で測定して、平均繊維長が 0.45 乃至 $0.80 \mu\text{m}$ 、特に 0.50 乃至 $0.80 \mu\text{m}$ の範囲にあるべきである。即ち、繊維長が長い粒子

は、分散液の粘性を高める傾向があり、繊維長が短い粒子は分散液の粘性を低下させる傾向がある。従って、平均アスペクト比や繊維長が上記範囲内に保持されて一定のバランスを保っていることが必要であり、平均アスペクト比や繊維長が上記範囲外であるものは、満足すべきチキソトロピー性を示さない。

また、本発明で用いる鎖状粘土鉱物は、不純物成分の含有量が少ないものが好ましく、特にドロマイトやカルサイト成分量が少ないものがよい。例えば、セピオライトを例にとると、X線回折測定において、 $2\theta = 31$ 度付近にドロマイトに由来するピーク及び $2\theta = 29$ 度付近にカルサイトに由来するピークが、それぞれ、セピオライトの(110)面に由来するピーク高さを100%として25%以下のピーク強度比となっているものが好適である。

セピオライトのX線回折像を示す図1を参照されたい。図1には、3種のセピオライトのX線回折像が示されており、実施例1は、スペイン産のものであり、ドロマイト及びカルサイトの含有量が少なく、セピオライトの(110)面に由来するピーク($2\theta = 7$ 度付近)に対するドロマイト及びカルサイトに由来するピーク($2\theta = 31$ 度付近、 $2\theta = 29$ 度付近)のピーク強度比は、何れも25%以下となっている。一方、比較例3はスペイン産(実施例1とは別地域)、比較例4は南アフリカ産のものであり、ドロマイト或いはカルサイトの含量が多く、セピオライトの(110)面に由来するピークに対するドロマイト或いはカルサイトに由来するピークの強度比は、実施例1に比して高くなっている。即ち、後述する実施例及び比較例の実験結果から理解されるように、ドロマイトやカルサイトの含有量が多い比較例3、4では、これら成分の含有量の少ない実施例1に比して、その揺変係数(TI)が低くなってしまい、目的とするチキソトロピー性を得ることが困難となる。

本発明において、上述した鎖状粘土鉱物粒子は、例えばドロマイトやカルサイト含有量の少ない産地のものを原料として使用し、これを、微粉碎し、所定の粒度に分級することによって得ることができる。粉碎機としては、ボールミル、気流粉碎機、振動ミル、コロイドミル、ハンマーミル、ダイノーミル等を使用できるが、特にジェットミルに代表される気流粉碎機が好適である。この粉碎は、少量の水分の存在下に行う所謂湿式法により行ってもよいし、このような水分を用いることなく

乾式法で行ってもよい。粉碎条件は、前述した平均アスペクト比、嵩比重、一次粒子形状、二次粒子の粒度分布等が得られるように設定され、例えば粉碎条件をきつくすると、嵩比重が低下し、一次粒子の繊維長も低下する傾向にあるため、原料として用いる鎖状粘土鉱物の物性に応じて、適宜設定すればよい。

尚、産地によっては、ドロマイトやカルサイト含有量が多いセピオライトもあるが、このようなものは、塩酸や硝酸を用いての酸処理によってドロマイトやカルサイトを除去し、前述したX線回折において、ドロマイトやカルサイトのピーク強度比を前述した範囲に調整して使用することができる。

また、アタパルジャイトは、カルサイト含量が多く、前述した逡変係数（ $T I$ ）を満足させることが困難であるが、このようなものについても、上記と同様、塩酸や硝酸を用いての酸処理によってカルサイト含量を低減させ、X線回折測定において、アタパルジャイトの（ 110 ）面に由来するピークに対するカルサイトに由来するピークのピーク強度比を 50% 以下、好ましくは 30% 以下に調整したものを使用し、嵩比重、平均アスペクト比、一次粒子径などが前述した範囲内となるような機械的処理を行うことによって、逡変係数（ $T I$ ）を前述した範囲内とし、チキソトロピー特性を発現させることができる（実施例3、比較例5参照）。

（チキソトロピー付与剤）

上記の鎖状粘土鉱物粒子からなる本発明のチキソトロピー付与剤は、既に述べた通り、水系或いは有機系の何れに分散させた場合にも高いチキソトロピーを付与することができるので、塗料や接着剤、インキ等の分野に有効に使用され、例えば、それ自体公知の塗料や接着剤中に配合して、塗料組成物や接着剤組成物とすることもできる。

塗料としては、樹脂の種類から、ニトロセルロース塗料、アルキッド樹脂塗料、アミノアルキッド塗料、ビニル樹脂塗料、アクリル樹脂塗料、エポキシ樹脂塗料、ポリエステル樹脂塗料、塩化ゴム系塗料の他に、フェノール系レジン、変性フェノール系レジン、アルキド系レジン、ビニル系レジン、石油レジン、エポキシ系レジン、ポリエステル系レジン、スチレン系レジン、シリコーン系レジン、塩素化物系レジン、ウレタン系レジン、ポリアミド系レジン、ポリイミド系レジン、フッ素系

レジン等の１種或いは２種以上を含有する塗料が挙げられる。

また、用いる塗料は、溶剤型塗料、水性塗料の何れであってもよい。即ち、本発明のチキソトロピー付与剤は、有機溶剤及び水性溶媒の何れに分散させた場合にも優れた特性を発揮するからである。

この溶剤型塗料の有機溶媒としては、トルエン、キシレン、*n*-ヘプタン、*n*-ヘキサン、シクロヘキサン、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノンエタノール、プロパノール、ブタノール、ダイアセトンアルコール、テトラヒドロフラン、ジオキサンのエチルセロソルブ、ブチルセロソルブ、酢酸エチル、ジメチルスルホキシド、エタノール、メタノール、エチレングリコール、グリセリンの１種または２種以上を用いることができるが、これらの有機溶媒の中でもＳＰ値が１０以上のもの、例えばシクロヘキサノンエタノール、プロパノール、ブタノール、エタノール、メタノール、エチレングリコール、グリセリン等のアルコール系溶媒が好適である。

また、水性塗料としては、水溶液型の塗料の他、自己乳化型或いは界面活性剤乳化型の塗料が使用される。水性塗料の樹脂としては、水性媒体に水溶化された或いは自己乳化されたアルキド樹脂、ポリエステル樹脂、アクリル樹脂、エポキシ樹脂或いはこれらの２種以上を組合せて用いることができる。樹脂分濃度は、一般に１０乃至７０重量％、特に２０乃至６０重量％の範囲にあり、本発明のチキソトロピー付与剤は、一般に、固形分当り０．１乃至２０重量％の量で配合される。

また、接着剤としては、エポキシ樹脂系接着剤、ポリウレタン系接着剤、ユリア樹脂系接着剤、メラミン樹脂系接着剤、フェノール樹脂系接着剤、 α -オレフィン系接着剤、水性高分子ーイソシアネート系接着剤、酢酸ビニル樹脂系（溶剤型）接着剤、酢酸ビニル樹脂エマルジョン接着剤、アクリルエマルジョン系接着剤、シアノアクリレート系接着剤、ホットメルト接着剤、嫌気性接着剤、クロロプレンゴム系接着剤、ニトリルゴム系接着剤、ＳＢＲ系接着剤、エチレン共重合樹脂系接着剤、レゾルシン系接着剤、天然ゴム系接着剤、セルロース系接着剤、イソブテンーマレイン酸共重合体系接着剤、アルキッド樹脂系接着剤、フラン樹脂系接着剤、飽和又は不飽和ポリエステル樹脂系接着剤、シリコーン樹脂系接着剤、ポリビニルアルコール系接着剤、ナイロン樹脂系接着剤、無機接着剤等の１種或いは２種以上を含有

する接着剤が挙げられる。本発明のチキソトロピー付与剤は、接着剤樹脂 100 重量部に対して 0.5 乃至 30 重量部の量で配合するのがよい。

<実施例>

本発明を次の例で説明するが、本発明は以下の例に限定されるものではない。尚、各試験方法は下記の方法に従って行った。

(1) 粘度測定

所定量の試料を 500ml ビーカー中の所定の分散媒（水または DOP）に添加し、家庭用ジューサーを用いて 10000rpm で 3 分間攪拌して約 300g の分散液を調製し、この分散液をウォーターバス中、25℃ で 30 分静置後、他の 500ml ビーカーに移し換え、再び、元のビーカーに移し替えた（移し替え作業数：2 回）。さらに同様の移し替え作業を行い、計 6 回の移し替え作業を行った。次いで、この分散液の粘度を、回転粘度計（TOKIMEC 社製 DIGITAL VISCOMETER DVL-BII 型）を用い、所定の回転数（6rpm または 60rpm）で 3 分間ロータ攪拌を行い、その時の粘度を測定した。

(2) 揺変係数 (TI)

$$TI = \eta_6 / \eta_{60}$$

式中、 η_6 は、所定の分散媒中に前記鎖状粘土鉱物粒子を分散させた分散液について回転数 6rpm で測定した粘度（25℃）であり、

η_{60} は、上記分散液について回転数 60rpm で測定した粘度（25℃）である、

で定義される揺変係数 (TI) を、分散媒としてジエチルヘキシルフタレート

(DOP) 及び水を用いて測定した。分散媒として DOP を用いた時の分散液の鎖状粘土鉱物粒子濃度は 7 重量% とし、分散媒として水を用いた時の分散液の鎖状粘土鉱物粒子濃度は 3 重量% とした。

(3) 嵩比重

JIS K. 6721 に準拠して測定した。

(4) レーザ法で測定した二次粒子の粒度分布

粒度分布はベックマンコールター社製のレーザ回折型粒子サイズアナライザー

(LS 13 320型)を用いて測定した。

(5) 平均アスペクト比及び平均繊維長

日立(株)製走査型電子顕微鏡S-570を用いて、制限視野像中の代表的な粒子を5個について、平均アスペクト比及び平均繊維長を算術計算した。

(6) X線回折

理学電機(株)製のガイガーフレックスRAD-IBシステムを用いて、Cu-K α にて測定した。

ターゲット	Cu
フィルター	湾曲結晶グラファイトモノクロメーター
検出器	SC
電圧	40KV
電流	20mA
カウントフルスケール	700c/s
スムージングポイント	25
走査速度	2°/min
ステップサンプリング	0.02°
スリット	DS 1° RS 0.15mm SS 1°
照角	6°

実施例及び比較例において、セピオライト及びアタパルジャイトとしては、表1記載のものをそれぞれ用いた。これ以外の物性については表2に、X線回折像は図1または5に示す。

		セピオライトA	セピオライトB	セピオライトC	アタパルジャイトA	アタパルジャイトB
産地		スペイン	スペイン ^{*1}	南アフリカ	アメリカ	インド
ピーク強度比 ^{*2}	2 θ =31° (トロマイト)	2.0	63.7	1.0	20.4	501.1
(%)	2 θ =29° (カルサイト)	6.3	6.3	29.4	27.1	97

*1:セピオライトAとは別地域

*2:各試料の(110)面に由来するピーク高さを100%とした時のピーク強度比

(実施例 1)

セピオライトAを粗粉碎後、ローラーミルにて粉碎を行い、更にジェットミル(日本ニューマチック工業(株)製PJ M-100SP)を用いて乾式で微粉碎を行ってチキソトロピー付与剤を得た。粉碎条件は、粉碎圧力0.65MPa、チャージ量2kg/hrとした(以下の実施例あるいは比較例でジェットミル粉碎を行った時も、同様の装置及び条件で行った)。得られたチキソトロピー付与剤の各物性について測定を行い、結果を表2に、X線回折像を図1、二次粒子の粒度分布を図2、SEM写真を図3にそれぞれ示す。

(比較例 1)

セピオライトAを粗粉碎後、ローラーミルにて粉碎を行って得られた粉碎物の各物性について測定を行い、結果を表2に示す。

(実施例 2)

アタパルジャイトAを粗粉碎後、ローラーミルにて粉碎を行い、更にジェットミルを用いて乾式で微粉碎を行ってチキソトロピー付与剤を得た。各物性について測定を行い、結果を表2に示す。

(比較例 2)

アタパルジャイトAを粗粉碎後、ローラーミルにて粉碎を行った。得られた粉碎物の各物性について測定を行い、結果を表2に示す。

(比較例 3)

セピオライトBを粗粉碎後、ローラーミルにて粉碎を行い、更にジェットミルを用いて乾式で微粉碎を行った。得られた粉碎物の各物性について測定を行い、結果

を表2に、X線回折像を図1にそれぞれ示す。

(比較例4)

セピオライトCを粗粉碎後、ローラーミルにて粉碎を行い、更にジェットミルを用いて乾式で微粉碎を行った。得られた粉碎物の各物性について測定を行い、結果を表2に、X線回折像を図1、SEM写真を図4にそれぞれ示す。

(実施例3)

アタパルジャイトBを粗粉碎後、ローラーミルにて粉碎を行った粉碎物278gを水2500mlに分散し、濃度3%の塩酸300mlを滴下後、60℃に加熱し3時間酸処理を行った(処理後のスラリーpHは5.75)。酸処理後、濾過、水洗、110℃で乾燥し、粗粉碎後、ジェットミルを用いて乾式で微粉碎してチキソトロピー付与剤を得た。得られたチキソトロピー付与剤の各物性について測定を行い、結果を表2に、X線回折像を図5にそれぞれ示す。

(比較例5)

アタパルジャイトBを粗粉碎後、ローラーミルにて粉碎を行った。粉碎物の各物性について測定を行い、結果を表2に、X線回折像を図5にそれぞれ示す。

変形数 (溶媒:DOP ^{*1})	実施例1	比較例1	実施例2	比較例2	比較例2	比較例3	比較例4	実施例3	比較例5
	η_s (mPa·s)	7330	200	4120	分散不良 ^{*2}	2470	1780	7910	735
変形数 (溶媒:水)	η_{60} (mPa·s)	1366	140.6	896	分散不良 ^{*2}	562	461	1571	249.2
	TI	5.4	1.4	4.6	分散不良 ^{*2}	4.4	3.9	5.0	3.0
	η_s (mPa·s)	562.0	817	202	883	39	8	64	60
高比重	η_{60} (mPa·s)	65.3	175	52.7	225.7	7.2	1.1	9.9	13.5
	TI	8.6	4.7	3.8	3.9	5.4	7.3	6.5	4.4
粒度分布 (重量%)	(g/ml)	0.100	0.450	0.109	0.570	0.128	0.172	0.068	0.434
	1.0<粒径(μ m) \leq 30	88.0	90.9	73.3	80.1	96.0	83.7	77.2	45.2
平均アスペクト比	粒径(μ m) \leq 1.0	11.1	0	27.6	13.0	3.9	16.3	22.4	0.1
	(-)	8.2	14.2	8.4	13.9	7.4	5.2	8.7	24.3
平均繊維長	(μ m)	0.69	1.25	0.52	1.06	0.46	0.27	0.72	2.02
	2 θ =31° (ドロマイト)	2.0	2.0	--	--	63.7	1.0	--	--
ピーク強度比 ^{*3} (%)	2 θ =29° (カルサイト)	6.3	6.3	27.1	27.1	6.3	29.4	21.8	97

* 1: DOP(ジエチルヘキシルアレート)

* 2: 試料が沈降したため分散不良

* 3: 各試料の(110)面に由来するピーク高さを100%とした時のピーク強度比

請求の範囲

1. 鎖状粘土鉱物粒子からなるチキソトロピー付与剤において、

下記式：

$$T I = \eta_6 / \eta_{60}$$

式中、 η_6 は、所定の分散媒中に前記鎖状粘土鉱物粒子を分散させた分散液について回転数6 r p mで測定した粘度（25℃）であり、

η_{60} は、上記分散液について回転数60 r p mで測定した粘度（25℃）である、

で定義される揺変係数（T I）が、分散媒としてジエチルヘキシルフタレート（DOP）を用いた鎖状粘土鉱物粒子濃度が7重量%の分散液において4.0以上であり、分散媒として水を用いた鎖状粘土鉱物粒子濃度が3重量%の分散液において3.0以上であり、且つ0.125 g / m l以下の嵩比重、及びレーザ法で測定した二次粒子の粒度分布において、1.0 μ mより大きく30 μ m以下の粒径のものが70重量%以上で、1.0 μ m以下の粒径のものが5乃至30重量%の範囲にあることを特徴とするチキソトロピー付与剤。

2. 前記鎖状粘土鉱物粒子は、7.5乃至9.5の平均アスペクト比を有することを特徴とする請求の範囲1に記載のチキソトロピー付与剤。

3. 前記鎖状粘土鉱物粒子は、電子顕微鏡で測定して一次粒子形状が、0.45乃至0.80 μ mの平均繊維長を有することを特徴とする請求の範囲1に記載のチキソトロピー付与剤。

4. 前記鎖状粘土鉱物が、ホルマイト系粘土鉱物である請求の範囲1に記載のチキソトロピー付与剤。

5. 前記ホルマイト系粘土鉱物がセピオライトまたはアタパルジャイトである請求の範囲4に記載のチキソトロピー付与剤。

6. 前記ホルマイト系粘土鉱物がセピオライトであり、X線回折測定において、ドロマイト及びカルサイトに由来するピークが、それぞれ、セピオライトの（110）面に由来するピーク高さを100%として25%以下のピーク強度比を示す請求の範囲5に記載のチキソトロピー付与剤。

7. 前記ホルマイト系粘土鉱物がアタパルジャイトであり、X線回折測定において、カルサイトに由来するピークが、アタパルジャイトの(110)面に由来するピーク高さを100%として50%以下のピーク強度比を示す請求の範囲5に記載のチキソトロピー付与剤。

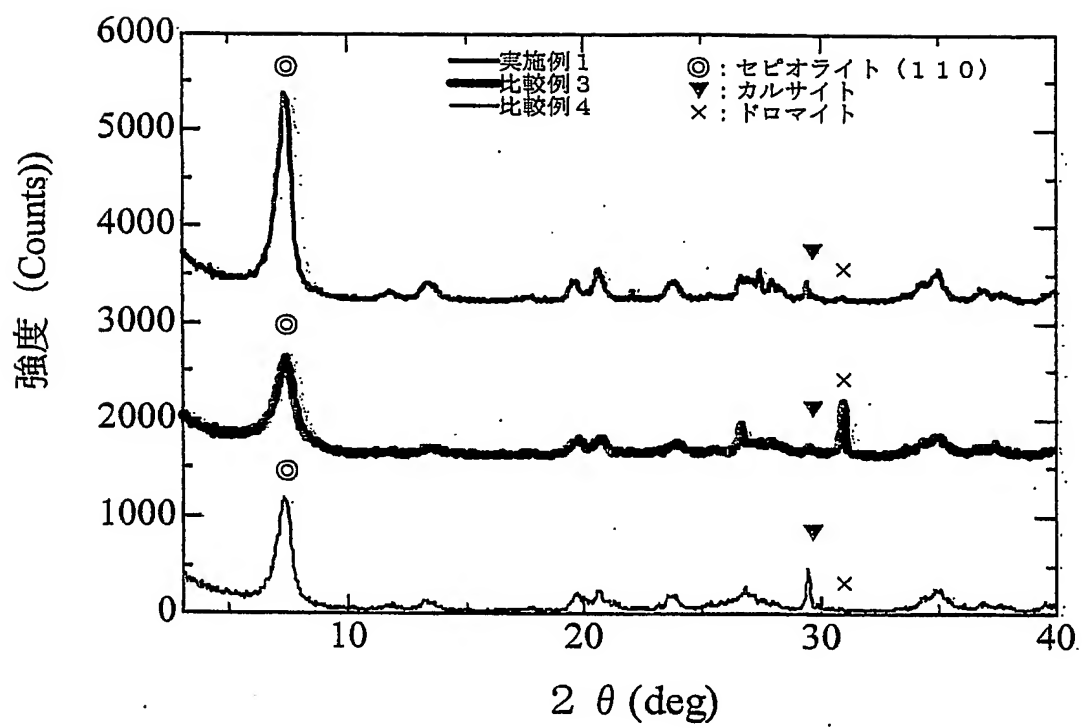
8. 請求の範囲1のチキソトロピー付与剤を含有する塗料組成物。

9. 請求の範囲1のチキソトロピー付与剤を含有する接着剤組成物。

10. 請求の範囲1のチキソトロピー付与剤を含有する樹脂組成物。

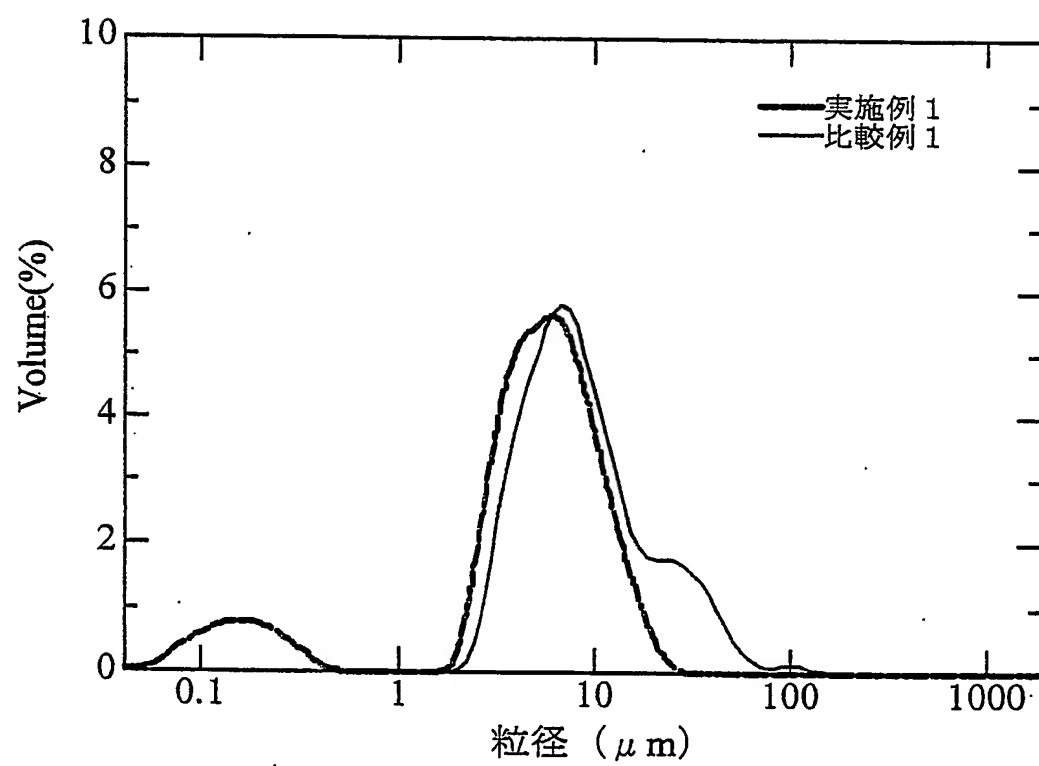
1/5

図 1



2/5

図 2



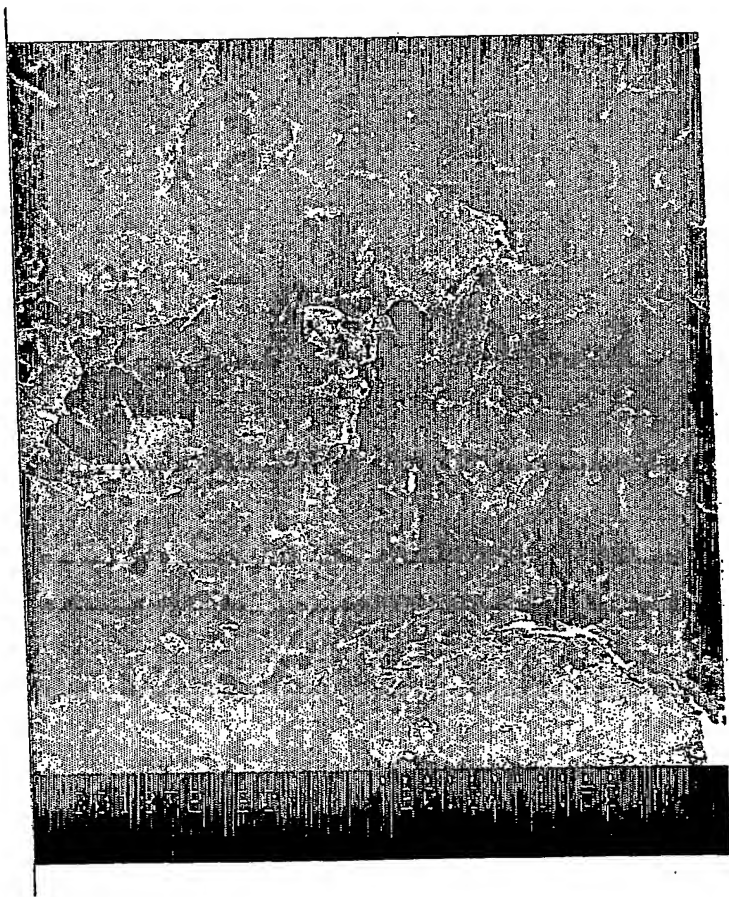
3/5

図 3



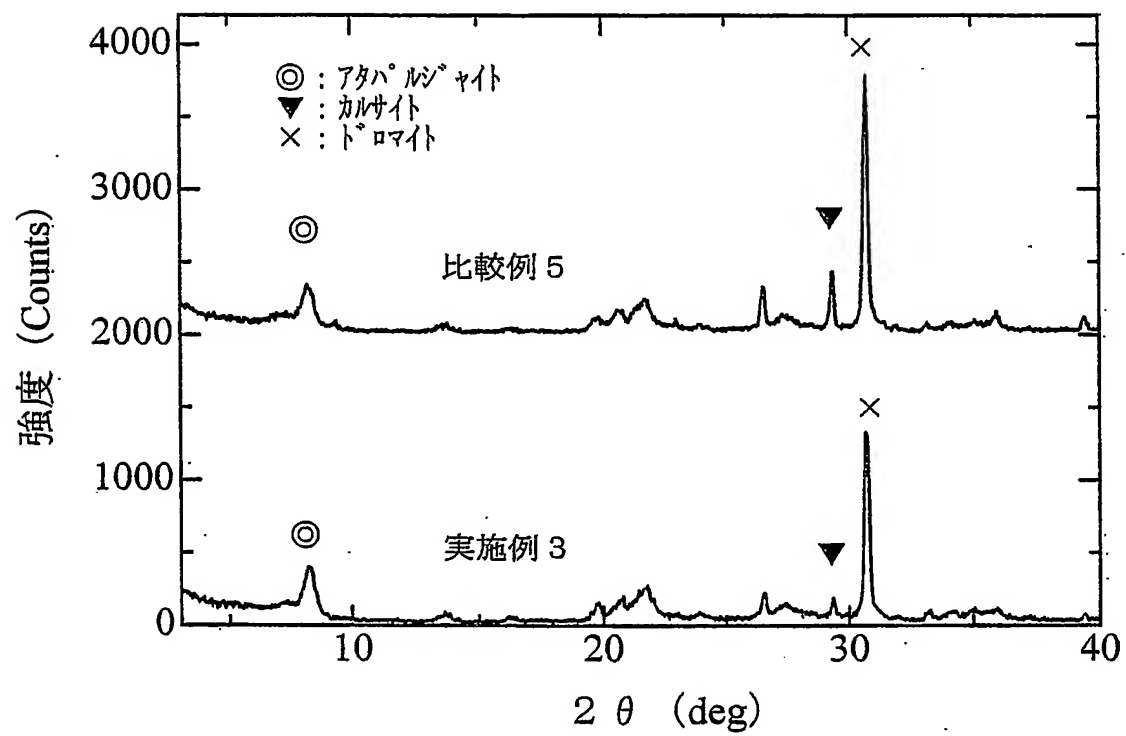
4/5

図 4



5/5

図 5



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/009612

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C09K3/00, C09D7/12, C09D201/00, C09J11/02, C09J201/00,
C08L101/00, C08K3/18

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C09K3/00, C09D7/12, C09D201/00-201/10, C09J11/02-11/06,
C09J201/00-201/10, C08L101/00-101/16, C08K3/18-3/24

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 56-118751 A (Takeda Chemical Industries, Ltd.), 17 September, 1981 (17.09.81), Claims; page 1, right column, line 8 to page 2, lower left column, line 8; page 3, upper left column, line 16 to page 4, upper right column, line 19 (Family: none)	1-6 8-10
Y	JP 11-228653 A (Nippon Polyurethane Industry Co., Ltd.), 24 August, 1999 (24.08.99), Claims 1 to 3 (Family: none)	8-10

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
28 September, 2004 (28.09.04)

Date of mailing of the international search report
26 October, 2004 (26.10.04)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/009612

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2002-338236 A (Mizusawa Industrial Chemicals, Ltd.), 27 November, 2002 (27.11.02), (Family: none)	1-10
A	JP 2003-48766 A (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), 21 February, 2003 (21.02.03), (Family: none)	1-10
A	WO 2002/000350 A1 (ITC, INC.), 03 January, 2002 (03.01.02), & US 6444601 B1 & EP 1360012 A1 & JP 2004-508258 A	1-10

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C09K3/00, C09D7/12, C09D201/00, C09J11/02,
C09J201/00, C08L101/00, C08K3/18

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C09K3/00, C09D7/12, C09D201/00-201/10,
C09J11/02-11/06, C09J201/00-201/10,
C08L101/00-101/16, C08K3/18-3/24

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	JP 56-118751 A (武田薬品工業株式会社) 198	1-6
Y	1. 09. 17、特許請求の範囲、第1頁右欄第8行~第2頁左下 欄第8行、第3頁左上欄第16行~第4頁右上欄第19行 (ファミ リーなし)	8-10
Y	JP 11-228653 A (日本ポリウレタン工業株式会社) 1999. 08. 24、請求項1~3 (ファミリーなし)	8-10

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

28. 09. 2004

国際調査報告の発送日

26.10.2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

山田 泰之

4V

3344

電話番号 03-3581-1101 内線 3483

C (続き). 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	J P 2002-338236 A (水澤化学工業株式会社) 2002. 11. 27 (ファミリーなし)	1-10
A	J P 2003-48766 A (信越化学工業株式会社) 2003. 02. 21 (ファミリーなし)	1-10
A	WO 2002/000350 A1 (アイティーシー, インコーポレーテッド) 2002. 01. 03 & US 6444601 B1 & EP 1360012 A1 & J P 2004-508258 A	1-10